

102 15 46 46  
PAT-NO: JP401016703A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01016703 A  
TITLE: POROUS ANTIMICROBIAL MATERIAL AND PRODUCTION  
THEREOF  
PUBN-DATE: January 20, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME  
WATANABE, SHOICHIRO  
UCHIBORI, TAKESHI  
KAWADA, KAZUO  
ISOBE, TOKIKO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
CHISSO CORP	N/A
KK KANKYO KAGAKU CENTER	N/A

APPL-NO: JP62172661

APPL-DATE: July 10, 1987

INT-CL (IPC): A01N031/08, A01N025/08

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a porous antimicrobial material, by reacting a porous material having the surfaces treated with a silane coupling agent having alkoxy groups with a phenolic derivative having alcoholic hydroxyl group in the presence of a Pd-C catalyst in nitrogen atmosphere.

CONSTITUTION: An inorganic porous material (e.g. porous glass, ceramic, zeolite or silicas porous glass) is sufficiently brought into contact with a silane coupling agent having alkoxy groups (preferably &gamma;-aminopropyltriethoxysilane) in a solvent containing the silane coupling

agent dissolved therein while refluxing and heating to carry out surface treatment. The resultant material is then reacted with a phenolic derivative having alcoholic hydroxyl group (e.g. p- hydroxybenzyl alcohol) in an inert gas atmosphere, such as N<sub>2</sub>, using Pd-C as a catalyst to afford the aimed porous antimicrobial material. This antimicrobial material is capable of reducing residual toxicity as compared with that of gaseous or liquid antimicrobial agents and continuous sterilization and treatment in large amounts can be carried out with simple operation.

COPYRIGHT: (C) 1989, JPO&Japio

## ⑱ 公開特許公報 (A) 昭64-16703

⑲ Int.Cl.

A 01 N 31/08  
25/08

識別記号

庁内整理番号

⑳ 公開 昭和64年(1989)1月20日

8519-4H  
7215-4H

審査請求 未請求 発明の数 2 (全3頁)

㉑ 発明の名称 多孔質抗菌材およびその製造法

㉒ 特願 昭62-172661

㉓ 出願 昭62(1987)7月10日

㉔ 発明者 渡辺 昭一郎 東京都大田区中馬込1丁目1番1  
 ㉕ 発明者 内堀 敏 神奈川県横浜市泉区岡津町1161番地  
 ㉖ 発明者 河田 和雄 神奈川県相模原市大野台5丁目26番地12  
 ㉗ 発明者 磯部 時子 神奈川県鎌倉市二階堂267番44  
 ㉘ 出願人 チツソ株式会社 大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号  
 ㉙ 出願人 株式会社 環境科学センター  
 神奈川県横浜市金沢区釜利谷町2番地  
 ㉚ 代理人 弁理士 野中 克彦

## 明細書

## 1. 発明の名称

多孔質抗菌材およびその製造法

## 2. 特許請求の範囲

- (1) シランカツプリング剤により表面処理を施した多孔質材にアルコール性水酸基をもつフェノール誘導体を反応して得られる多孔質抗菌材。
- (2) シランカツプリング剤がアルコキシル基をもつものである特許請求の範囲第(1)項記載の多孔質抗菌材。
- (3) 多孔質材にアルコキシル基をもつシランカツプリング剤による表面処理を施した後、該被処理物に塩素雰囲気中でパラジウムカーボンを触媒として、アルコール性水酸基をもつフェノール誘導体を反応させることを特徴とする多孔質抗菌材の製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は多孔質抗菌材およびその製造法に関するものである。

従来錦布等に抗菌剤を固定化した固定化抗菌

剤についてはいくつかの報告がある。例えば第4級アンモニウム塩を固定化したものについてアメリカ微生物学会発行のアプライドマイクロバイオロジー誌第24巻859~863頁および米国特許第4282366号に記載がある。又、固定化殺菌剤およびその製造法について特開昭60-199802号にあるが、基質をガラスに限定してある。

本発明では、安価なシラス多孔質ガラスおよびそのままでも汎用材として使用できる多孔質物質を基質としたものである。

本発明者らは、より大きな抗菌性能と耐洗滌安定性を備えた抗菌材を目的として、その化学構造中におけるフェノール構造の効能に着目して本発明に至った。

すなわち、本発明の第一はシランカツプリング剤による表面処理を施した多孔質材にアルコール性水酸基をもつフェノール誘導体を反応して得られる多孔質抗菌材であり、その実施形様は、アルコキシル基をもつシラン化合物をカツ

アーリング剤とする前記の多孔質抗菌材である。

本発明の第二は、アルコキシル基をもつシランカツアーリング剤により表面処理を施した多孔質材に窒素雰囲気中でパラジウムカーボンを触媒としてアルコール性水酸基をもつフェノール誘導体を反応させることを特徴とする多孔質抗菌材の製造方法である。

本発明の多孔質材は無機質多孔材ならしく、特に多孔質ガラス、セラミック、セオライト、シラス多孔質ガラスが好ましい。シランカツアーリング剤としては、アルコキシル基をもつシランカツアーリング剤ならしく、特にアーアミノプロピルトリエトキシシランが好ましい。

本発明の多孔質抗菌材の製造においては、先ずシランカツアーリング剤の固定化反応を行ない、次にアルコール性水酸基をもつフェノール誘導体の反応することを特徴とする。

前段のシランカツアーリング剤の多孔質材への固定化は通常行なわれている方法で良く、シランカツアーリング剤を適当な溶媒に溶解した後、加

と、大量の処理ができることがより殺菌操作が簡便であることなどの利点があり、工業的に有用である。例えば本発明の多孔質抗菌材を沪過材として連続殺菌を簡便に行なうのに適しており、大量の試料の処理に適している。また、多孔質抗菌材を試料液に入れ振とうすれば回分式処理にも適している。

以下実施例により本発明を詳細に説明する。

#### 実施例 1

5 cm × 5 cm 厚さ 2 mm のシラス多孔質ガラスをトルエン 100 ml に入れ更にアーアミノプロピルトリエトキシシラン 2.8 g 加え 27 時間 110 ℃ で加熱還流した。冷却後多孔質ガラスを取り出し、トルエンで洗浄後減圧乾燥した。次に、シラン処理をした多孔質ガラスをトルエン 70 ml に入れ p - ヒドロキシベンジルアルコール 20 g および 5 % パラジウムカーボン 0.06 g を加え窒素雰囲気下で 6 時間 110 ℃ 加熱還流した。冷却後多孔質ガラス板を取り出しトルエンで洗浄後減圧乾燥し目的の多孔質抗菌材を得た。

熱した状態で多孔質材表面との間に充分接触を行なわせる。反応温度は室温ないし 150 ℃ が望ましく通常は溶媒の沸点で加熱還流下に反応させる。

後段のアルコール性水酸基をもつフェノール誘導体の反応は窒素などの不活性ガス雰囲気下でパラジウムカーボンを触媒として行なわれる。パラジウムカーボンは触媒としての使用量が少量でよく、フェノール性水酸基と第一アミンの反応を抑え、アルコール性水酸基と第一アミンとの反応を選択的に行なうので好ましい。

以上述べたようにして製造された本発明の多孔質抗菌材は、グラム陽性菌に対しても、またグラム陰性菌に対しても大きな抗菌性を示し、かつ抗菌剤の遊離が極めて少ない優れたものである。

本発明の多孔質抗菌材は従来のガス滅菌のような気体状あるいは普通の消毒薬のような液体状で使用される殺菌剤と比較して抗菌剤の残留毒性を低下できること、連続殺菌ができるこ

上記で得た多孔質抗菌材を用いてグラム陽性菌であるスタフロコカス オーリウス (*Staphylococcus aureus*) およびグラム陰性菌であるエシヤリキア コリ (*Escherichia coli*) の生菌数が  $2.7 \times 10^7$  の菌浮遊液を調製し、この液を沪過した結果、沪液には生菌のコロニーが検出されなかつた。また、沪液からは p - ヒドロキシペーブルアルコールは検出されなかつた。更に抗菌剤処理を施していない多孔質材を用い上記の菌浮遊液を沪過したところ生菌数は沪過前の生菌数に比べ減少は認められなかつた。

#### 実施例 2

実施例 1 で使用したグラム陽性菌およびグラム陰性菌を用い生菌数  $2.3 \times 10^4$  の菌浮遊液を調製して市販超音波加湿器の水槽に入れ、霧噴き出し口に実施例 1 で得られた多孔質抗菌材を取りつけた。きり噴出口にシヤーレをあてその生菌数を測定した結果生菌のコロニーは検出されなかつた。同様にきり噴出口に何もとりつけないものを測定した結果  $5 \times 10^2$  の生菌が検出され

た。

実施例3

滅菌水を1ℓガラス瓶に入れ25℃38時間放置した水の生菌数を測定した結果1ml中に $3.2 \times 10^3$ の生菌が検出された。その水を実施例1で得られた多孔質抗菌材で涙過した。結果、生菌のコロニーは検出されなかつたが、無処理のシラス多孔質ガラスで涙過した結果は $2.5 \times 10^2$ の生菌が検出された。同様に滅菌水1ℓをガラス瓶に入れ更に実施例1で得られた多孔質抗菌材5cm×5cm×2mmの板2枚を入れ25℃48時間放置したが生菌は検出されなかつた。

以上

特許出願人 チツソ株式会社

同 上 株式会社環境科学センター

代理人 弁理士 野 中 克彦